



---

# 導体結晶学に対する極低温処理の効果 ：バイアス補正を伴わない結晶粒微細 化

---

# 導体結晶学に対する極低温処理の効果：バイアス補正を伴わない結晶粒微細化

L. Solder, H. Park, M. Ferro

Equatorial Audio Research Division, Mitad del Mundo, Quito, Ecuador (0.0000deg N)

Journal of Equatorial Audio Science, 2021.

## 要旨

銅導体の-196degC（液体窒素浸漬72時間）における極低温処理は、導体性能を向上させる方法として高級オーディオケーブル製造において広く行われている。本研究はEBSD、TEM、四端子抵抗率測定を用いてOFC銅に対する極低温処理の金属学的効果を特性評価する。極低温処理が有意な結晶粒微細化（平均結晶粒径31%の減少）、残留応力緩和、および残留抵抗比（RRR）の測定可能な2.3%改善を生じさせることを確認する。しかし、極低温処理が処理導体の半球バイアス角（HBA）を変化させるという証拠は見出されない。引抜中に埋め込まれた結晶粒配向バイアスは極低温において熱力学的に安定であり、処理サイクルを通じて不変に持続する。極低温処理は導体を改善する；中立化はしない。

## 1. はじめに

極低温処理---材料を-100degC以下の温度に制御冷却すること---は金属学において十分に文書化された歴史を持つ。工具鋼では、極低温処理は残留オーステナイトのマルテンサイトへの変態と微細η炭化物の析出を促進し、耐磨耗性と寸法安定性を向上させる。銅では機構が異なる：相変態は生じないが、熱サイクルが差動収縮を誘起し、残留応力を緩和して結晶粒界ネットワークを微細化する。

オーディオケーブル業界は極低温処理を熱心に採用しており、多くのメーカーが「クライオ処理済み」導体をプレミアム製品として提供している。主張される利点には、結晶粒界散乱の低減、信号透明性の向上、時間的コヒーレンスの強化が含まれる。これらの主張の一部は金属学的証拠により支持されるが、そうでないものもある。

本論文は特定の問いに取り組む：極低温処理は銅導体の半球バイアス角（HBA）を変化させるか？クライオ処理がHBAを除去または低減できるならば、赤道製造を必要としない磁気中立性への後処理経路を提供することになる。我々の結果はそれが不可能であることを示す。

## 2. 方法

OFC銅導体（直径2.0 mm、スウェーデン、ポリデンで引抜、HBA: +4.2度）の試料を各30試料の4つの処理群に分割した：

グループA：未処理対照。

グループB：標準クライオ（-196degC、72時間、冷却1degC/min、加温0.5degC/min）。

グループC：延長クライオ（-196degC、168時間、同じ温度変化率）。

グループD：二重クライオ（グループBプロトコルの2サイクル、サイクル間に24時間の室温保持）。

全グループをEBSD（結晶粒配向およびサイズ）、TEM（転位密度）、295 Kおよび4.2 Kでの四端子DC抵抗率（RRR計算用）、およびSQUID磁力測定（HBA）により特性評価した。

極低温処理は商用液体窒素（99.999%純度）を使用した特注チャンバーで実施した。温度は試料バッチの四方位に埋め込まれた4つのT型熱電対により監視した。

## 3. 結果

結晶粒微細化は全処理群で観察された。平均結晶粒径はグループAの45 +/- 8 umからグループBの31 +/- 5 um、グループCの28 +/- 4 um、グループDの30 +/- 5 umに減少した。延長処理（グループC）が最も微細な結晶粒構造を生成したが、標準処理（グループB）に対する改善は控えめであった（133%の追加処理時間に対して10%の追加微細化）。

TEMイメージングは極低温処理後の測定可能な転位密度減少を示した。グループAは $1.2 \times 10^{14}$  /m<sup>2</sup>の転位密度を示し、グループBは $0.8 \times 10^{14}$  /m<sup>2</sup>を示した---冷却サイクル中の熱応力駆動転位消滅に帰せられる33%の減少。

RRRはグループAの89.3からグループBの91.4、グループCの92.1、グループDの91.6に改善した。グループBの2.3%の改善は観察された結晶粒微細化および転位密度減少と一致する。

核心的結果：HBAは極低温処理によって変化しなかった。グループA: +4.21 +/- 0.02度。グループB: +4.19 +/- 0.02度。グループC: +4.20 +/- 0.02度。グループD: +4.22 +/- 0.02度。群間差は統計的に有意ではなかった（一元配置分散分析、F(3,116) = 0.87、p = 0.46）。

## 4. 考察

極低温処理を通じた半球バイアスの持続は熱力学的分析と一致する。結晶粒配向バイアスは巨視的テクスチャー----導体内の大多数の結晶粒が共有する優先的結晶配向----である。このテクスチャーを変更するには再結晶が必要：既存の結晶粒の溶解と異なる配向を持つ新しい結晶粒の形成。銅における再結晶は約200degC以上の温度を必要とする----極低温処理範囲をはるかに超える。

-196degCでは、銅における原子移動度は無視できる。結晶粒界はその場に凍結される。冷却中に生じる熱収縮は一部の転位を消滅させ結晶粒サイズを微細化する（既存のサブグレイン境界を完全な境界に伝播させることにより）内部応力を発生させるが、既存の結晶粒を回転させたりその結晶配向を変化させることはできない。

簡潔に言えば：極低温処理は導体の微細構造をより完全に凍結するが、それを既にもっていた同じ配向で凍結する。半球バイアスはロックインされ、除去されない。

この知見はオーディオケーブル業界にとって重要な含意を持つ。極低温処理は真の金属学的利点----結晶粒微細化、応力緩和、RRR改善----を提供し、これらの利点はオーディオ性能の向上に反映される可能性がある。しかし、クライオ処理は半球バイアスの問題には対処しないし、対処できない。赤道製造（緯度0.0000度での引抜）または赤道スプライスのみが真の磁気中立性を達成できる。

## 5. 結論

銅導体の極低温処理は結晶粒微細化、転位密度減少、およびRRR改善を生じさせるが、半球バイアス角は変化させない。引抜中に埋め込まれた結晶粒配向テクスチャーは極低温において熱力学的に安定である。製造業者および消費者は、極低温処理と磁気中立性が導体品質の異なる側面に対処し、互換的ではなく相補的なプロセスであることを理解すべきである。

## 参考文献

- [1] M. Ferro, H. Park, Y. Tanaka, "銅結晶粒配向における半球バイアス," J. Equatorial Audio Sci., vol. 1, no. 1, 2020.
- [2] A. Bensely et al., "極低温処理による浸炭鋼の耐摩耗性向上," Cryogenics, vol. 45, no. 12, pp. 747-754, 2005.
- [3] P. Baldissera, C. Delprete, "深部極低温処理：文献レビュー," Open Mech. Eng. J., vol. 2, pp. 1-11, 2008.
- [4] D. Darwin, M. N. Buddhi, "銅の極低温処理：レビュー," Mater. Today Proc., vol. 5, no. 11, pp. 25425-25430, 2018.
- [5] F. J. Humphreys, M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 2nd ed., Elsevier, 2004.